#### 世界知的所有権機関

#### 国際事務局



# 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

 (51) 国際特許分類6
 (11) 国際公開番号
 WO 96/00306

 C21D 8/12
 A1

(43) 国际公司

(43) 国際公開日 1996年1月4日(04.01.96)

(22) 国際出願日 1995年2月17日(17.02.95)

(30) 優先権データ

特願平6/143181 1994年6月24日(24.06.94) JP

(81) 指定国

PCT/JP95/00234

(71) 出願人(米国を除くすべての指定国について) 新日本製鐵株式会社(NIPPON STEEL CORPORATION)[JP/JP] 〒100-71 東京都千代田区大手町二丁目6番3号 Tokyo, (JP)

(72) 発明者;および

(21) 国際出願番号

(75) 発明者/出願人(米国についてのみ)

川又竜太郎(KAWAMATA, Ryutaro)[JP/JP]

〒299-12 千葉県富津市新富20-1

新日本製鐵株式会社 技術開発本部内 Chiba, (JP)

久保田猛(KUBOTA, Takeshi)[JP/JP]

熊野知二(KUMANO, Tomoji)[JP/JP]

〒804 福岡県北九州市戸畑区飛幡町1番1号

新日本製鐵株式会社 八幡製鐵所内 Fukuoka, (JP)

(74) 代理人

弁理士 石田 敬,外(ISHIDA, Takashi et al.) 〒105 東京都港区虎ノ門一丁目8番10号 静光虎ノ門ビル 青和特許法律事務所 Tokyo, (JP)

静光虎ノ門ヒル 育和符計法律事務所 Tokyo, (JP)

CN, KR, US, 欧州特許(AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).

添付公開書類

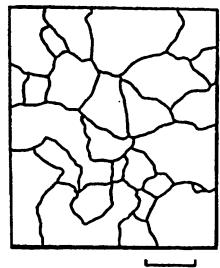
国際調査報告書

(54) Title: METHOD OF MANUFACTURING NON-ORIENTED ELECTROMAGNETIC STEEL PLATE HAV-ING HIGH MAGNETIC FLUX DENSITY AND LOW IRON LOSS

(54) 発明の名称 磁束密度が高く鉄損の低い無方向性電磁鋼鈑の製造方法

#### (57) Abstract

A method of manufacturing a non-oriented electromagnetic steel plate, wherein a non-oriented electromagnetic steel plate containing in the steel at least one kind of substances among Si, Mn and A1 at 0.10≤Si≤2.50 wt.%, 0.10≤Al≤1.00 wt.% and 0.10≤Mn≤2.00 wt.%, in which (Si+2Al)≤2.50 wt.%, and Fe and unavoidable impurities for the remainder is hot rolled to prepare a hot rolled plate; this plate being set to a final thickness in a single rolling step and then subjected to finishing annealing, or subjected to cold rolling, finishing annealing and thereafter skin pass rolling at a rolling reduction of 2-20 % so that the plate has a final thickness, characterized in that a finishing temperature in the finishing hot rolling step is set to level not lower than (Ar<sub>3</sub>+50) C, a strip takeup temperature being set to not lower than Ar<sub>1</sub> point, a strip in a taken-up state being subjected to selfannealing in which it is retained at a temperature not lower than  $(A_1-50)$  C and lower than  $\{(A_1+A_3)/2\}$  for not less than 2 minutes and not more than 3 hours. This enables the magnetic flux density to be improved, and a non-oriented electromagnetic steel plate having a low iron loss and excellent magnetic characteristics to be provided.



500 jum

### (57) 要約

鋼中にSi, Mn, Alの少なくとも 1 種を重量%で $0.10 \le Si \le 2.50\%$ 、 $0.10 \le Al \le 1.00\%$ 、 $0.10 \le Mn \le 2.00\%$ かつ(Si + 2 Al)  $\le 2.50\%$ を含有し、残部Fe及び不可避不純物からなる無方向性電磁鋼板を熱間圧延して熱延板とし、1回の圧延工程で最終板厚とし仕上焼鈍を施すか、もしくは冷間圧延の後仕上焼鈍を施しその後に圧下率  $2 \sim 20\%$ のスキンパス圧延により最終板厚とする無方向性電磁鋼板の製造方法において、仕上熱延工程における仕上温度を( $Ar_s + 50$ )  $\mathbb C$ 以上の温度域としストリップ巻取温度を $Ar_1$ 点以上の温度域とし、その後巻取った状態で( $A_1 - 50$ )  $\mathbb C$ 以上  $\{(A_1 + A_3)/2\}$  未満の温度域にて 2 分以上 3 時間以内保持する自己焼鈍を施す。これにより磁束密度を向上させ、鉄損の低い、優れた磁気特性を有する無方向性電磁鋼板を提供する。

情報としての用途のみ

PCTに基づいて公開される国際出願をパンフレット第一頁にPCT加盟国を同定するために使用されるコー アエスペンファ スペンファ スペンファ ファ ア アルバニア アルバニア オーストラリア オーストラジャン アゼルバー バルバー RRSSSSSSSTTTTT AM AT AU BB BB B リヘリノ レソト リトアニア ローター スウェータン アーターデン シンガポニア スロヴァキア スロッガル ド モンコル モーリタニア マラウイ メニスタン 。 中央アフリカ共和国 トルルコート トルルコニタートリクラン リクランダートリクラガ国 リカガロ キスタン サイダー キスタン サイズィェトナム マメニオノニポワシェンウーラン・シューラン・ションウーラン・ションションション・カーラン・カージャ・シャ・ジャ・ジャ・ジャ・ジャーシャ・カー ニ・ス スイス コート・ジボアール クール デスタン 朝鮮民主主義 人民共和国 大雄民国 フスタン リヒテンシュタイン コート・シホテ カメルーン 中国 チェッコ 共和国 ドイツ ルッエー ユー・ジーランド ーランド C N C Z D E 9600306A1 I >

BNSDOCID - <WO.

#### 明細書

磁束密度が高く鉄損の低い無方向性電磁鋼板の製造方法

#### 技術分野

本発明は、電気機器の鉄心材料として用いられる、磁束密度が高く、鉄損が低い優れた磁気特性を有する無方向性電磁鋼板の製造方法に関する。

#### 背景技術

近年、電気機器、特に無方向性電磁鋼板がその鉄心材料として使用される回転機及び中、小型変圧器等の分野においては、世界的な電力、エネルギー節減、さらにはフロンガス規制等の地球環境保全の動きの中で、高効率化の動きが急速に広まりつつある。このため、無方向性電磁鋼板に対しても、その特性向上、すなわち、高磁束密度かつ低鉄損化への要請がますます強まってきている。

ところで、無方向性電磁鋼板においては、従来、低鉄損化の手段として一般に、電気抵抗増大による渦電流損低減の観点からSiあるいはAl等の含有量を高める方法がとられてきた。しかし、この方法では反面、磁束密度の低下は避け得ないという問題点があった。また、単にSiあるいはAl等の含有量を高めるのみではなく、特開昭61-231120号公報に記載されているように、C,N,S,O等の低減による高純度鋼化や、特開昭57-35626号公報に記載されているような仕上焼鈍サイクルの工夫等の製造プロセス上の処置もなされてきたが、いずれも低鉄損化は図られても、磁束密度についてはそれほどの効果はなかった。一方で、製品における集合組織を改善し磁束密度を向上させるために、一次再結晶集合組織中において製品板

面内に結晶軸の磁化容易軸である<100 >方向を有し磁束密度の改善に有効であるND || <110 >方位を富化させると同時に、結晶軸の難磁化方向である<111 >方向を製品板面内に有するND || <111 >系方位集積度を低下させることを目的に、仕上げ焼鈍前の冷延圧下率を適正範囲に制御することや、同様の目的で冷延前結晶組織を粗大化させるために熱延板焼鈍を施すこと、あるいは熱延条件の工夫等による高磁束密度化が図られてきた。しかし磁束密度が高くかつ鉄損が低い無方向性電磁鋼板を製造できるには至らず、無方向性電磁鋼板に対する前記の要請に応えることはできなかった。本発明者らは、このような従来技術の限界を打破すべく制御熱延と熱延ストリップ巻取後にコイルの保有熱で焼鈍を行わせる自己焼鈍条件に着目して検討を行った。

従来から、相変態を有する無方向性電磁鋼板の熱間圧延工程においては、製品の磁気特性向上の観点から、熱延板結晶粒径の制御が行われてきた。熱延板の自己焼鈍については特開昭54-76422号公報にその技術が公開されており、自己焼鈍時のコイル温度確保のための保熱カバー使用については特開昭56-33436号公報に規定されている。また、自己焼鈍時条件を適切に設定することにより熱延板の結晶組織を粗大化し製品の磁気特性改善を図る方法については特開昭57-57829号公報、特開昭60-50117号公報、仕上熱延終了温度を介相域としてその後自己焼鈍を実施する技術については特開昭58-136718号公報に開示されている。しかし、これらの公知文献における実施例では、仕上熱延終了温度は介域とし、冷却帯で介相から α相、受態させた後、巻取中にα相域で結晶粒成長を図っている。このため、仕上熱延終了後にα域まで変態させるために冷却を十分に確保するようにROT上での冷却が制御される結果、自己焼鈍温度に対し鋼板温度が必要以上に下がりやすく、結果として自己焼鈍中の結晶粒成

長が不十分となる欠点があった。また、このような欠点を改善する ため自己焼鈍中にコイルの再加熱が必要となるが、自己焼鈍中の再 加熱ではコイル内の温度分布にむらが生じやすく熱延板結晶組織が 不均一となり十分に粗大化せず、また操業上の観点からも自己焼鈍 中のコイルの再加熱は不経済であり、必要最小限にとどめたいとい う要請があった。

自己焼鈍プロセスにより得られる熱延組織の不均一性を改善するため特開昭60-194019号公報には自己焼鈍後の冷却を制御する方法が開示されている。しかし熱延組織が混粒になる現象は自己焼鈍中の熱延組織が均一に成長しないことが原因であり、自己焼鈍終了後の冷却速度制御によりこれを改善することは困難である。

本発明は、従来技術におけるこのような問題点を解決し、高磁束密度かつ低鉄損の無方向性電磁鋼板を提供することを目的とするものである。

#### 発明の開示

本発明者らはこのような従来技術の欠点を克服し、自己焼鈍中に 従来以上に熱延組織の結晶粒成長を確保し磁束密度の改善を図るた め鋭意検討を行った結果、熱間圧延工程において(Ar₃+50)℃を 上回る温度にて仕上圧延を終了しα+r2相域以上の温度域で当該 ストリップを巻取り、その自己焼鈍温度を(A<sub>1</sub>-50)℃以上

{(A, +A₃)/2} ℃未満の温度域に、自己焼鈍時間を2分以上3時間以内とするように自己焼鈍条件を適切に制御し、自己焼鈍中のγ相からα相への変態を制御することで熱延結晶組織を平均粒径で150 μm以上として従来技術以上に均一に租大化し、製品における磁気特性が著しく改善され得ることを発見し本発明の完成に至った。

すなわち、本発明の要旨とするところは、鋼中にSi, Mn, Al.のグループから選ばれた元素の少なくとも1種が重量%で

- $0.10\% \le \text{Si} \le 2.50\%$
- $0.10\% \le Al \le 1.00\%$
- $0.10\% \le Mn \le 2.00\%$

かつ、SiとAlの合計量が

 $Si + 2 A1 \le 2.50\%$ 

を満足し、残部がFe及び不可避不純物からなるαγ変態を有する成分から成るスラブにその仕上熱延終了温度を(Ar₃+50)℃超の温度とする熱間圧延を施して熱延板とし、該熱延板を(Ar₃+50)℃を上回る温度で巻取り、巻取った状態で(A₁ -50)℃以上(A₁ +A₃)/2 と未満の温度域にて2分以上3時間以下保持する自己焼鈍を施し、酸洗を行い、1回の冷間圧延を行い、次いで仕上焼鈍を施し、或いは自己焼鈍後酸洗を行い、冷間圧延し、仕上焼鈍後2~20%のスキンパス圧延を行うことを特徴とする無方向性電磁鋼板の製造方法にある。

このように本発明は( $\alpha+\gamma$ ) 2 相域の領域で巻取を実施するものであるが、前記の公知文献に記載の技術においては熱延板すなわち冷延前の結晶粒径を粗大化する観点から、熱延後の $\gamma$  相から $\alpha$  相への変態は熱延板の結晶粒を微細化するために有害であるとみなれ、これまで本発明のごとき自己焼鈍工程における $\gamma$  相から $\alpha$  相かられなかった。すなわち、上記文献中に記載されている熱延仕上温度、巻取温度は、成分の変化による変態点の変動に伴いその規定範囲が変化することはあっても、 $\gamma$  相から $\alpha$  相に伴いその規定範囲が変化することはあっても、 $\gamma$  相から $\alpha$  もに伴いその規定範囲が変化することはあっても、 $\gamma$  相がらる地に伴いその規定範囲が変化することはあっても、 $\gamma$  相がら変態は仕上熱延終了後の冷却中に行わせ、巻取後 $\alpha$  相で結晶粒成長を行うことを主眼とするものであった。このため、本発明のごとき( $\alpha+\gamma$ ) 2 相域にて巻取を実施する技術とはその技術思想が全

. く異なるものである。

### 図面の簡単な説明

図1 (A) は本発明の熱延板顕微鏡金属組織 (A) を示す図であり、図1 (B)、図1 (C)、図1 (D) 及び図1 (E) は比較例の熱延板顕微鏡金属組織 (B) ~ (E) をそれぞれ示す図である。

## 発明を実施するための最良の形態

本発明者らは、低鉄損と高磁束密度を同時に達成すべく従来技術における問題点を鋭意検討を重ねた結果、変態を有する無方向性電磁鋼板にあって、仕上げ熱間圧延時の巻取り及び自己焼鈍をαγ変態点との関係において適切な条件下で行うことによって、仕上焼鈍後の製品における磁束密度が極めて高く、鉄損が良好な(鉄損値が低い)無方向性電磁鋼板を安価に製造することに成功した。

すなわち、熱間圧延条件を規定することにより、仕上焼鈍後の製品における集合組織を制御し、磁束密度が極めて高く鉄損が良好な (鉄損が低い)無方向性電磁鋼板を製造するようにしたものである。

変態点を有する無方向性電磁鋼板において鉄損値が低くかつ、磁束密度が高い無方向性電磁鋼板を得るためにはα~γ変態を有する無方向性電磁鋼板の熱間圧延工程において、仕上熱延終了温度を(Ar₃+50)℃を上回る温度とし、巻取温度をAr₁点以上のα+γ域以上の温度とし、その後、(A₁ -50)℃以上、{(A₃+A₁)/2}℃未満の温度にて2分以上3時間以内の間、巻取ったコイルの状態で自己焼鈍することによって仕上焼鈍後の製品における集合組織を制御することが必要であり、これにより、磁束密度が極めて高く鉄損が良好(鉄損が低い)な無方向性電磁鋼板を製造することができる。

まず、成分について説明すると(以下%は全て重量%)、Siは鋼板の固有抵抗を増大させ渦流損を低減させ、鉄損値を改善するために添加される。Si含有量が0.10%未満であると固有抵抗が十分に得られないので0.10%以上添加する必要がある。一方、Si含有量が2.50%を越えると $\alpha\sim\gamma$ 変態を生じなくなるので2.50%以下とする必要がある。

A1も、Siと同様に、鋼板の固有抵抗を増大させ渦電流損を低減させる効果を有する。このためには、0.10%以上添加する必要がある。一方、A1含有量が1.00%を越えると、磁束密度が低下し、コスト高ともなるので1.00%以下とする。さらに、(Si+2 A1)が2.50%を越えると、 $\alpha \sim \gamma$  変態を生じなくなるので、(Si+2 A1)  $\leq 2.50\%$  でなくてはならない。

Mnは、A1, Siと同様に鋼板の固有抵抗を増大させ渦電流損を低減させる効果を有する。このため、Mn含有量は0.10%以上とする必要がある。一方、Mn含有量が2.0%を越えると熱延時の変形抵抗が増加し熱延が困難となるとともに、熱延後の結晶組織が微細化しやすくなり、製品の磁気特性が悪化するので、Mn含有量は2.0%以下とする必要がある。また、Mn添加によりαγ変態点が低下するため、本発明における仕上熱延における2相域巻取をより低温側で実施することが可能となり、巻取温度を高めることによる仕上熱延後の巻取作業性の低下を改善し、鋼板表面の酸化物形成を抑制することが可能になり酸洗時の歩留まりが向上するなどの点でMn添加は有効である。このような変態点制御の観点からはMn含有量は0.30%~1.50%であることが好ましい。

また、製品の機械的特性の向上、磁気的特性、耐錆性の向上あるいはその他の目的のために、P, B, Ni, Cr, Sb, Sn及びCuのグループから選ばれた元素の少なくとも1種を鋼中に含有させても本発

・明の効果は損なわれない。

すなわち、Pは、製品の打ち抜き性を良好ならしめるために0.02%以上0.1%以下の範囲で添加する。添加量が0.02%未満であれば打抜き性改善の効果はなく、0.1%超であればその効果が飽和する。製品の磁気特性の観点からみると $P \le 0.2$ %の範囲であれば問題がない。

Bは熱間圧延時にBNを形成させてAIN の微細析出を妨げ、Nを無害化させるために添加される。B含有量はNとの量のバランスが必要であり、その含有量は両者の比B%/N%が0.5 から1.5 の範囲を満たすことが好ましい。本発明においては熱延後に析出物の粗大凝集化が行われるから、B添加の必要性は少ない。

Niは固溶強化による鋼板の降伏応力を増加させる目的、磁束密度を向上させる目的、もしくはMnと同様に変態点を低下させ巻取作業性を改善することを目的に添加される。添加量は0.1 %以上3.0 %以下とする。鋼板の降伏応力増加の観点から好ましい添加量は1.0 %以上3.0 %以下、磁気特性改善の観点から好ましい添加量は0.5 %以上2.5 %以下、変態点調整の観点から好ましい添加量は1.0 %以上2.5 %以下である。添加量が0.1 %以下では何れの目的においても効果がなく、3.0 %を上回るとコストの点で不適であるので3.0 %以下とする。

Crは耐銹性改善を目的に添加される。添加量は1.0 %以上13.0%以下とする。さらに好ましい添加量としては5.0 %以上9.0 %以下である。添加量が1.0 %未満では耐銹性改善効果がなく、13.0%を上回るとコストの点で不適であるので13.0%以下とする。

Sbは集合組織改善による高磁束密度化を目的に添加される。添加量は0.02%以上0.2%以下とする。さらに好ましい添加量としては0.03%以上0.15%以下である。添加量が0.01%未満では集合組織改

善効果がなく、0.2 %を上回ると仕上焼鈍時の粒成長性が阻害され 製品の鉄損が悪化するので、0.2 %以下とする。

Snは集合組織改善による高磁束密度化を目的に添加される。添加量は0.02%以上0.2 %以下とする。さらに好ましい添加量としては0.03%以上0.15%以下である。添加量が0.02%未満では集合組織改善効果がなく、0.2 %を上回ると仕上焼鈍時の粒成長性が阻害され製品の鉄損が悪化するので0.2 %以下とする。

Cuは集合組織改善による高磁束密度化を目的に添加される。添加量は0.1 %以上1.0 %以下とする。さらに好ましい添加量としては0.1 %以上0.4 %以下である。添加量が0.1 %未満では集合組織を改善効果がなく、1.0 %を上回ると鋼板表面に疵が発生するので1.0 %以下とする。

その他の成分として、Cは0.050 %以下であれば本発明の目的を達成することができる。低級グレードの無方向性電磁鋼板は主として小型回転機であり、鉄損の低域のために冷延後の仕上げ焼鈍あるいはさらに歪み取り焼鈍中の粒成長を促進させる必要があり、鋼中の微細析出物を減らす必要がある。このためには、通常は鋼中のCの含有量を低濃度にする必要があるが、本発明においては、熱間圧延工程のストリップ巻取り温度をArı点以上とし、その後、(Arー50)℃以上、{(A。+A₁)/2}℃未満の温度にて2分~3時間自己焼鈍することから、炭化物その他の析出物、介在物は十分に凝集析出する。従って、極低炭素とすることは要求されず、Cは0.050 %以下であれば良い。

S,Nは鋼の溶製段階で不可避的に混入する元素である。S,N は熱間圧延工程におけるスラブ加熱中に一部再固溶し、熱間圧延中 にMnS,AlNの析出物を形成し、仕上焼鈍時に再結晶粒の成長を妨げ たり製品が磁化されるときに磁壁の移動を妨げるいわゆるピニング 効果を発揮し製品の低鉄損化を妨げる原因となる。従って、その含有量は少ない程良い。このため下限を特に設ける必要はない。磁気特性への悪影響を防止するには、従来と同様  $S \le 0.010$  %、 $N \le 0.010$  %とすべきところであるが、本発明においては C と同様の理由により析出物の粗大凝集化による無害化がはかられるため、 $S \le 0.020$  %、 $N \le 0.020$  %であれば良い。

次に本発明のプロセス条件について説明する。

前記成分からなる鋼スラブは、転炉で溶製され連続鋳造あるいは 造塊-分塊圧延により製造される。鋼スラブは公知の方法にて加熱 される。

このスラブに熱間圧延を施し所定の厚みとする。この際、仕上熱延の終了温度は( $Ar_3+50$ )  $\mathbb C$ を上回る温度とし、 $Ar_1$ 点以上の温度で巻取った後、必要に応じこのコイルを保熱カバー等の公知の方法にて保熱あるいはコイルの温度制御のため補助加熱等の手段を用いることにより、( $A_1-50$ )  $\mathbb C$ 以上、 $\{(A_3+A_1)/2\}$   $\mathbb C$ 未満の温度にて自己焼鈍する。

仕上熱延終了温度が(Ar₃+50)℃以下であると、巻取までに再結晶・粒成長を十分に進行させることが難しくなり、自己焼鈍中の粒成長との相乗効果により結晶組織を粗大化することが困難になるといる。 とともに仕上げ熱延スタンド通過後、冷却帯での鋼板の冷却を十分に施しつつ巻取温度をAr₁点以上確保することが困難になり、冷却不足から鋼板の温度分布が長手方向で大きく変動し、鋼板の巻取が安定せず、熱延コイルのストリップの形状が著しく悪化する。したがって仕上熱延終了温度は(Ar₃+50)℃を上回る温度を確保することが好ましい。このように仕上熱延後の巻取を安定化するために通常は冷却してからコイルに巻取るが、仕上熱延後の巻取が安定に施されるのであれば仕上熱延終了後、ストリップを水冷等により積 極的に冷却することは本発明では必ずしも必須ではない。

仕上熱延終了温度には特に上限を設けないが、仕上熱延終了温度を上げすぎると、本発明の条件に従って熱延を実施した場合においても、自己焼鈍中のγ相からα相への変態に伴うα相組織の粗大化進行が不安定になり混粒組織となりやすいため仕上熱延終了温度は1150℃以下であることが好ましい。

本発明の巻取温度は、 $Ar_1$  点以上、好ましくは  $\{(Ar_1+Ar_3)$   $/2\}$   $\mathbb{C}$ 以上である。本発明の温度範囲において熱延板を巻取ることにより、自己焼鈍中に $\gamma$ 相から $\alpha$ 相への変態が進行すると同時に、未変態 $\gamma$ 相が変態後の $\alpha$ 相の粒成長の進行を阻止する。 $\gamma$ 相から $\alpha$ 相への変態が更に進行することにより、 $\alpha$ 相の結晶粒成長を抑制していた未変態 $\gamma$ 相が消失し、それと同時に未変態 $\gamma$ 相により抑制されていた $\alpha$ 相の結晶粒成長が急速に進行し鋼板全体が平均粒径150 $\mu$ m程度かそれ以上の粗大粒となる。巻取温度が $Ar_1$ 点未満となると巻取直後の鋼板組織に $\gamma$ 相が存在しなくなり前記のような原理に基づく結晶組織の粗大化が発生しなくなるので巻取温度は $Ar_1$ 点以上好ましくは  $\{(Ar_3+Ar_1)/2\}$   $\mathbb{C}$ 以上とする必要がある。

自己焼鈍温度がA」点を上回る場合、自己焼鈍終了時にγ相が残留するが、本発明者らの検討結果によれば自己焼鈍温度を { (A」 + A₃)/2 } ℃未満として自己焼鈍終了時の残留γ相の量を抑制することにより、自己焼鈍終了後の冷却速度に関係なくγ相の消失に伴うα相の粗大粒への成長は発生した。しかし自己焼鈍温度が

{(A<sub>1</sub> + A<sub>3</sub>)/2} ℃以上となると自己焼鈍終了直後の残留 γ 相 の体積率が増加し、自己焼鈍後の冷却中に残留 γ 相が α 粒の粗大化を阻止したまま熱延組織が凍結されるため熱延板中の細粒の体積率が増加し結晶組織は混粒となった。このような熱延板を出発材にして製品を製造すると製品の磁気特性は鋼板の場所により著しく不安

定となり不適当である。このため自己焼鈍温度は { (A<sub>1</sub> + A<sub>3</sub>)/ 2 } ℃未満とする必要がある。

また、自己焼鈍温度が( $A_1-50$ ) $\mathbb{C}$ 未満となると自己焼鈍中の $\alpha$  粒の結晶粒成長が十分起こらなくなり、優れた磁気特性を有する無方向性電磁鋼板を得ることができない。このため自己焼鈍温度は $(A_1-50)$  $\mathbb{C}$ 以上とする必要がある。

自己焼鈍中の $\alpha$ 粒の粗大化をより安定に進行させる観点からは、自己焼鈍温度は $(A_1-50)$  C以上かつ $A_1$  点以下であることがより好ましい。

本発明における熱延条件が熱延結晶組織に与える影響を調査するため、以下の様な実験を実施した。表1に示す成分及び残部Fe及び不可避不純物からなる鋼を転炉により溶製し連続鋳造設備により厚さ220mm のスラブとした。この鋼のArı、Ara、Aı、Aa変態点を表2に示す。このスラブを通常の方法にて加熱し、熱延により2.5mm に仕上げた。この時の熱延条件及び各熱延条件で得られた熱延板の顕微鏡金属組織の観察結果を表3に示す。表3の結晶粒径はJISG0552の切断法に従い測定し、平均粒径は粒度番号より求めた円相当直径で示した。

表3における本発明の試料Aは熱延条件が本発明の要件を全て満たしており、試料Bは仕上熱延温度、巻取温度は本発明の範囲に含まれるが自己焼鈍温度が { (A 1 + A 3) / 2 } ℃よりも高い点が本発明範囲を外れるものであり、試料Cは仕上熱延温度、巻取温度は本発明の範囲に含まれるが自己焼鈍温度が (A 1 - 50) ℃よりも低い点が本発明範囲を外れるものであり、試料Dは従来法の自己焼鈍プロセス、すなわち仕上熱延の終了温度をγ域とし、その後冷却テーブル上でコイル巻取前にα域へ変態させ自己焼鈍をα域で行った試料である。また、従来技術の比較例として試料Eは熱延板焼鈍を

含むプロセス、すなわち仕上熱延の終了温度を γ 域とし、その後冷却テーブル上で水冷によりコイル巻取前に鋼帯を α 域へ変態させ該鋼帯を巻取った後、連続焼鈍により熱延板焼鈍を施した材料をとりあげた。

表3に示した熱延板金属組織観察結果より、試料Aにおいて熱延結晶組織が150 μm以上の粗大粒となっており、細粒組織は見あたらなかった。これに対し、自己焼鈍温度が本発明の規定温度範囲よりも高かった試料Bでは粒径150 μm以上の粗大粒と粒径100 μm以下の細粒組織のマトリックスとの混粒組織となっている。

また、試料 C, D, E はいずれも熱延結晶組織は100 μm以下の整粒組織となった。

このように本発明の熱延条件を満たすように仕上熱延を実施することにより、熱延結晶組織を $150~\mu$  m以上の均一な粗大組織とすることが可能である。図1~(A),図1~(B),図1~(C),図1~(D) 及び図1~(E) に試料 $A\sim E$  の熱延板顕微鏡金属組織をそれぞれ示す。

表 1

(単位:重量%)

С	Si	Mn	Р	S	Ν
0.0021	0.50	1.00	0.051	0.0030	0.0019

表 2

(単位:℃)

A 」 点	A <sub>3</sub>	Ar <sub>1</sub> 点	Ar₃ 点	$(A_1 + A_3)/2$	$(Ar_1 + Ar_3)/2$	A <sub>1</sub> -50
825	904	791	870	865	831	775

表 3

		熱仕温	延上度	巻	取	自	己鈍度	熱致	<b>近板</b>	熱延組織領	見察糸	吉果
				温	度	自焼温	度	焼	鈍	平均粒径 (μm)	形	態
試料A	本発明例	95	0°C	85	0°C	82	0°C	_	-	339	整	粒
В	比較例①	94	9°C	87	2°C	87	0°C	-	-	<b>*</b> 71	混	粒
C	比較例②	95	1℃	86	3℃	80	0°C	-	_	90	整	粒
D	比較例③	95	0°C	80	0°C	82	0°C	-	_	<b>8</b> 6	整	粒
E	比較例④	94	9℃	70	0°C	-	_	82	0℃ 2分	99	整	粒

\*マトリックス部分

自己焼鈍時間は2分未満では自己焼鈍の効果が十分でなく、熱延 板組織の結晶粒成長が不十分となるため高磁束密度を得ることがで きない。また、自己焼鈍時間が3時間より長くなるとその効果が飽 和し、逆に生産性が低下し、さらに自己焼鈍中の過度の酸化により 後工程での酸洗性が著しく悪化し実用的でないので3時間以内とし た。

自己焼鈍の際、後工程での酸洗性を良好にするため、保熱カバー内をN2不活性ガス雰囲気あるいは減圧下とするか、もしくは減圧後N2等不活性ガス雰囲気の充填を行うことも有効である。また、巻取り後所定の自己焼鈍をへた後のコイルは特段の処置無く放冷しても差し支えないが、後工程での酸洗性を向上させるため、自己焼鈍を了後、好ましくはα相の粒成長速度が緩慢となる700℃以下まで温度が低下した時点でコイルを水槽へ浸漬させる等の手段により冷却することも本発明の効果を何等損なうものではない。

このようにして得られた熱延板は一回の冷間圧延と連続焼鈍により製品とする。冷間圧延率は、70%~92%、好ましくは74%~83%

である。本発明によれば、冷間圧延率を90%程度に増加させても磁 東密度の低下は少ない。冷間圧延機は、タンデム圧延機、リバース 圧延機、ゼンジミア圧延機のいずれで行っても良い。また、圧延条 件は、圧延性改善、磁気特性改善、その他の目的のためにコイルを 水等のホットバスで加熱した後に圧延することや100 ℃以上の温度 において温間圧延することも差し支えない。

また冷延後連続焼鈍を施したのちスキンパス圧延工程を付加して製品としてもよい。スキンパス圧延率は2%未満では鉄損改善効果が得られず、20%以上では磁気特性が悪化するため2%から20%とする。

また、本発明によれば、仕上焼鈍時の条件を従来の焼鈍条件よりも高温にし時間を長くして粒成長させ製品の鉄損を改善しても、磁束密度が低くなることはなく、従来技術で達成が困難であった高磁

. 東密度と低鉄損を両立させることが可能となった。

また、本発明に規定したような仕上熱延終了温度、巻取温度及び自己焼鈍条件は仕上焼鈍、及び歪取焼鈍時の結晶粒成長を阻害する 析出物の無害化という観点からも有益である。

従来の自己焼鈍及び熱延板焼鈍を前提とする熱延条件では、仕上熱延を介域で終了しα域まで急冷した後熱延板を巻取る。これに対し本発明の熱延条件を満たすためにはα+γの2相域の温度以上で巻取を実施し、自己焼鈍中にγ相からα相への変態を徐々に行わせる。このため巻取温度が上昇し、その後も自己焼鈍中に緩やかに温度降下が進行するため従来技術よりも高温での保持時間が長くなる。その結果MnS等の結晶粒成長を阻害する有害析出物がオストワルド成長により粗大化し、従来の自己焼鈍もしくは熱延板焼鈍よりも一層結晶粒成長に対し析出物の無害化が図られる。このため本プロセスの熱延条件によれば熱延板における析出物の無害化が図られる結果、従来熱延結晶組織を粗大化させる方法として採用されてきた自己焼鈍や熱延板焼鈍を含むプロセスと比較して製品における鉄損がより改善される。

また、スラブ加熱温度を上昇させた場合、MnS 等の析出物がスラブ加熱中に母相に再固溶し、これが熱延中に微細に再析出して製品の鉄損を悪化させるが、本発明に規定した熱延を実施することにより自己焼鈍中に析出物の無害化が図られることから、本発明においては仕上熱延終了温度、巻取温度を確保するためにスラブ加熱温度を従来よりも上昇させても鉄損が悪化しない。

以上のように析出物無害化の観点からも、巻取温度はArı以上、 好ましくは { (Arı+Ar₃) / 2 } ℃以上の温度であることが望ま しい。このような仕上熱延、巻取から自己焼鈍に至る過程の制御に より、製品における磁壁のピニングサイトとなる有害析出物の無害 化が図られ、鉄損特性の改善を達成することができる。

## 実施例

次に、本発明の実施例について述べる。

### 実施例1

表 4 に示す成分及び残部Fe及び不可避不純物からなる鋼を転炉により溶製し連続鋳造設備により厚さ220mm のスラブとした。この鋼の $Ar_1$ ,  $Ar_3$ ,  $A_1$ ,  $A_3$  変態点を表 5 に示す。このスラブを通常の方法にて加熱し、熱延により2.5mm に仕上げた。この時、熱延仕上温度を $(Ar_3+50)$   $^{\circ}$   $^{\circ}$ 

熱延後コイルを直ちに保熱カバー内に挿入し、所定の温度で60分自己焼鈍した。その後、酸洗を施し、冷間圧延により0.50mm及び0.55mmに仕上げた。板厚0.50mmのものについては連続焼鈍炉にて、成分1は800℃で、成分2は850℃で30秒間焼鈍した。また、板厚0.55mmのものについては連続焼鈍炉にて成分1は760℃、成分2は820℃でそれぞれ30秒焼鈍を施し、圧下率9%のスキンパス圧延により0.50mmに仕上げ、750℃2時間の需要家が実施する焼鈍に相当する焼鈍を施した。これらの試料の磁気特性を測定した。

表 6 および表 7 に実施例中で述べた本発明と比較例の巻取温度、 自己焼鈍温度と磁気測定結果を合わせて示す。

このように巻取温度を $Ar_1$ 点以上にすることにより、1回法、スキンパス圧延法とも磁束密度の値が高く、鉄損値の低い材料が得られることがわかった。比較例では巻取温度が $Ar_1$ 点以下まで低下しているため、自己焼鈍温度が $\{(A_1 + A_3)/2\}$   $\mathbb{C}$ から $\{A_1 + 50\}$   $\mathbb{C}$ の範囲であっても実施例よりも磁気特性が劣っていた。また、表  $\{\{A_1, \{A_2\}\}\}$ 

2 } ℃以上であった実施例①②⑤⑥の方が巻取温度が { (Ar₃+Ar₁) / 2 } ℃を下回った実施例③④⑦⑧より磁気特性が優れていた。

表 4

(単位:重量%)

成分	С	Si	Mn	Р	S	Al	N
1	0.0027	0. 25	0.30	0.050	0.0028	0. 25	0.0020
2	0.0022	0.50	0. 99	0. 055	0.0030	0. 21	0.0019

表 5

成分	Aı	A 3_	Ar	Ar₃	$(A_1 + A_3)/2$	$(Ar_1 + Ar_3)/2$	A 1 - 50
	(℃)	(℃) (\\	(℃) Ÿ	(℃) Ÿ	(℃)	(℃)	(℃)
1	900	971	875	947	936	911	850
2	847	942	807	901	895	854	797

表 6

成分 1		熱	延	巻	TI-s	自	己	スキ	・ン	磁気物	<b>持性</b>
		仕温	上度	温	取度	焼温	鈍度	パフ 圧	· 延	磁束密度 (Tesla) B50	鉄 損 (W/kg) W17/50
実施例	A) (1)	101	5°C	92	1°C	86	0°C	無	し	1.80	5. 12
"	2	,	"	,	,	,	,	有	り	1.78	4. 35
"	3	100	)9°C	88	9°C	86	0°C	無	l	1.79	5. 35
"	4		"	,	"	,	"	有	り	1.77	4. 60
比較的	列①	100	)5°C	85	52°C	86	30°C	無	し	1.74	6. 01
"	2		<i>,</i> ,	,	"		"	有	り	1.71	5. 30
"	3	100	01℃	83	31°C	86	60°C	無	l	1.74	6. 20
"	4		"		<i>"</i>		<i>,</i> ,	有	り	1.71	5. 40

表 7

成分 2	2	熱	延		₩ <del>,</del>	自	己	スキ	ニン	磁気特	持性
		仕	上	巻温	取度	焼	鈍	パフ	۲	磁束密度 (Tesla)	鉄 (W/kg)
		温	度	1mi	汉	温	度	圧	延	B 50	\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\
実施例	A)(5)	98	0°C	86	5℃	83	0°C	無	し	1.77	3. 17
"	<b>6</b>	,	"	,	,	/	,	有	り	1.75	2.71
"	7	98	31°C	84	2°C	83	0°C	無	し	1.76	3. 30
"	8		"	,	"	,	"	有	り	1.74	2. 90
比較的	列⑤	98	30°C	80	4℃	83	80°C	無	し	1.73	3. 75
"	<u>6</u>		<i>  </i>		"	,	"	有	り	1.70	3. 25
"	7	98	32°C	79	93°C	83	30°C	無	し	1.72	4.11
"	8		"		"		"	有	り	1.69	3.51

#### · 実施例 2

表8に示す成分及び残部Fe及び不可避不純物からなる鋼を転炉により溶製し連続鋳造設備により厚さ220mm のスラブとした。この鋼のAr1、Ar3、A1、A3 変態点を表9に示す。このスラブを通常の方法にて加熱し、熱延により2.5mm に仕上げた。この時、巻取温度をAr1点以上とし、各成分につき自己焼鈍温度を4水準とし、自己焼鈍時間は60分とした。その後、酸洗を施し、冷間圧延により0.50mm及び0.55mmに仕上げた。板厚0.50mmのものは連続焼鈍炉にて、成分3は800℃で、成分4は850℃で30秒間焼鈍した。また、板厚0.55mmのものは、連続焼鈍炉にて成分3は760℃で、成分4は820℃で30秒焼鈍を施し、圧下率9%のスキンパス圧延により0.50mm厚に仕上げ、750℃2時間の需要家が実施する焼鈍に相当する焼鈍を施した。これらの試料の磁気特性を測定した。

表10及び表11に実施例中で述べた本発明と比較例の巻取温度、自己焼鈍温度と磁気測定結果をあわせて示す。

表 8

(単位:重量%)

成分	· C	Si	Mn	Р	S	Al	N
3	0.0021	0.30	0.12	0.070	0.0025	0.0005	0.0022
4	0.0021	0.51	1.01	0.051	0.0029	0. 15	0.0021

表 9

成分	A 1,	A 3_	Ar	Αr	$(A_1 + A_3)/2$	$(Ar_1 + Ar_3)/2$	A <sub>1</sub> -50
	(℃)	(℃) Ÿ	(℃)	(℃)	(℃)	(°C)	(°C)
3	900	947	874	918	924	896	850
4	839	929	805	895	884	850	789

表10

成分.3	熱 延	₩. Ho	自己	スキン	磁気特	<b>持性</b>
	仕 上	巻取	焼 鈍	パス	磁束密度 (Tesla)	鉄 (W/kg)
	温度	温度	温度	圧 延	B 50	W17/50
実施例⑨	985℃	901℃	870°C	無し	1.79	5. 20
<b>"</b> 10	"	"	"	有り	1.77	4. 45
実施例⑪	984℃	890℃	860℃	無し	1.78	5. 23
" 12	"	"	"	有り	1.76	4. 46
比較例⑨	985℃	885℃	835℃	無し	1.75	6.09
<b>"</b> 10	"	"	"	有り	1.72	5. 40
比較例①	985℃	880℃	810℃	無し	1.74	6. 11
" 12	"	"	"	有り	1.71	5. 50

表11

成分 4	熱 延	₩. Ho	自己	スキン	磁気料	寺性
	仕 上	巻取	焼 鈍	パス	磁束密度 (Tesla)	鉄 (W/kg)
	温度	温度	温度	圧 延	B 50	W17/50
実施例①	974°C	835℃	820℃	無し	1.77	3. 22
" (I4)	"	"	"	有り	1.75	2. 80
実施例⑤	971℃	836℃	800℃	無し	1.77	3. 29
<b>"</b> 16	"	"	"	有り	1.75	2. 83
比較例(3)	973℃	832℃	780℃	無し	1.72	3. 80
" (14)	"	"	"	有り	1. 69	3. 42
比較例⑤	976℃	833℃	760℃	無し	1.71	3. 91
" 16	"	"	"	有り	1.68	3. 51

・ このように自己焼鈍温度を(A, -50)℃から { (A, +A₃)/2 } ℃未満にとることにより、1回法、スキンパス圧延法とも磁束密度の値が高く、鉄損値の低い材料が得られることがわかった。

#### 産業上の利用可能性

本発明によれば、磁束密度が高く鉄損の低い磁気特性に優れた無 方向性電磁鋼板を提供できるので電気機器の鉄心材料として適用で き、したがって回転機及び中、小型変圧器の分野において大いに利 用される可能性がある。

### 請 求 の 範 囲

- 1. 鋼中にSi, Mn及びAlのグループから選ばれた元素の少なくとも 1種が重量%で
  - $0.10\% \le Si \le 2.50\%$
  - $0.10\% \le Al \le 1.00\%$
  - $0.10\% \le Mn \le 2.00\%$

かつ、SiとAlの合計量が

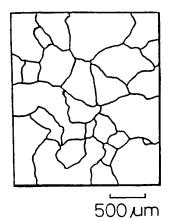
 $Si + 2 A1 \le 2.50\%$ 

を満足し、残部がFeおよび不可避不純物からなるαγ変態を有する成分から成るスラブを熱間圧延し、仕上熱延後の巻取り温度をAr」点以上として巻取ること;巻取った状態で(A」 - 50)℃以上((A」 + A₃)/2 )℃未満の温度域で2分以上3時間以下の間保持する自己焼鈍を行うこと;得られた熱延帯に酸洗処理を施したのち1回の冷間圧延を行って最終板厚にすること;次いで仕上焼鈍を施すこと;以上からなる磁束密度が高く鉄損の低い無方向性電磁鋼板の製造方法。

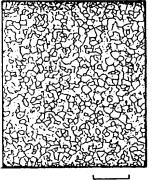
- 2. 自己焼鈍を施した鋼帯に酸洗処理を施し次いで冷間圧延を行い、仕上焼鈍後2~20%のスキンパス圧延を行って最終板厚にする請求の範囲第1項記載の製造方法。
- 3. 熱間圧延の仕上熱延終了温度を (Ar₃+50) ℃超の温度とする請求の範囲第1項記載の製造方法。
- 4. 熱間圧延の仕上熱延終了温度を (Ar₃+50) ℃超の温度とする請求の範囲第 2 項記載の製造方法。
- 5. 仕上熱延後の巻取り温度を { (Ar₁+Ar₃) / 2 } ℃以上と する請求の範囲第1項記載の製造方法。
  - 6. 仕上熱延後の巻取り温度を { (Ar₁+Ar₃) / 2 } ℃以上と

. する請求の範囲第2項記載の製造方法。

Fig.1(A) Fig.1(B)

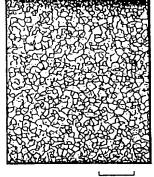




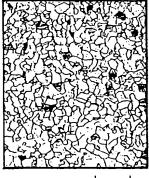


500 µm

Fig.1(C) Fig.1(D) Fig.1(E)



500 um



500 um

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP95/00234

	SSIFICATION OF SUBJECT MATTER		
Int.	C1 <sup>6</sup> C21D8/12		·
According to	o International Patent Classification (IPC) or to both n	ational classification and IPC	
<del></del>	DS SEARCHED		
	ocumentation searched (classification system followed by c	classification symbols)	
Int.	C1 <sup>6</sup> C21D8/12		1
	ion searched other than minimum documentation to the ext	and the same description of the same and included in the	Fields searched
Documentati	ion searched other than minimum documentation to the ext	ent that such documents are included in the	t ficial scarcinos
Electronic da	ata base consulted during the international search (name of	data base and, where practicable, search to	erms used)
			İ
			1
C. DOCU	MENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where app	propriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
А	JP, A, 58-136718 (Kawasaki S	Steel Corp.),	1
	August 13, 1983 (13. 08. 83)	),	
	Page 1, lower part, page 3 to page 4 (Family: none)	to upper part,	
	-		
A	JP, A, 3-193821 (Nippon Stee	el Corp.),	1 - 6
	August 23, 1991 (23. 08. 91) (Family: none)	· ·	
	(Tamery none)		_
P	JP, A, 6-235026 (Nippon Stee	el Corp.),	1 - 6
	August 23, 1994 (23. 08. 94) Line 30, left column to line	), e 34. right column,	
	page 3	, , , , , , , , , , , , , , , , , , , ,	
Furth	er documents are listed in the continuation of Box C.	See patent family annex.	
	l categories of cited documents:	"T" later document published after the inte- date and not in conflict with the appli	cation but cited to understand
to be o	ent defining the general state of the art which is not considered f particular relevance	the principle or theory underlying the  "X" document of particular relevance; the	
L .	document but published on or after the international filing date ent which may throw doubts on priority claim(s) or which is	considered novel or cannot be consi step when the document is taken alor	dered to involve an inventive
	o establish the publication date of another citation or other leason (as specified)	"Y" document of particular relevance; the	e claimed invention cannot be
	ent referring to an oral disclosure, use, exhibition or other	COMPILICA WILL OFF OF MOTO OTHER SEES	documents, such combination
"P" docum	ent published prior to the international filing date but later than	being obvious to a person skilled in "&" document member of the same pater	
	ority date claimed	Date of mailing of the international sea	
	in actual completion of the international search il 27, 1995 (27. 04. 95)	May 23, 1995 (23.	
Nama ===	mailing address of the ISA/	Authorized officer	
		1 tomonized outs	
Facsimile I	anese Patent Office	Telephone No.	

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (July 1992)

-	国際调查報告	国際出願番号 PCT/JP- 9	5 / 0 0 2 3 4
A. 発明の属	する分野の分類(国際特許分類(IPC))		
	Int. Ce° C21D8/12		,
B. 調査を行	った分野		
調査を行った最	小限資料(国際特許分類(IPC))		
	Int. Cl. C 2 1 D 8 / 1 2		
最小限資料以外	の資料で調査を行った分野に含まれるもの	·	
国際調査で使用	した電子データベース(データベースの名称、調査に	使用した用語)	
C. 関連する	と認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連する	らときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A A	JP,A,58-136718(川 13.8月,1983(13。08。 第1頁,第3頁下段-第4頁上 (ファミリーなし) JP,A,3-193821(新日 23.8月,1991(23。08。 (ファミリーなし)	83), :段 本製鐵株式会社),	1 - 6
▼ C棚の続き	きにも文献が列挙されている。	□ パテントファミリーに関する別細	を参照。
* 引用文献のカテゴリー 「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの「E」先行文献ではあるが、国際出願日以後に公表されたもの「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献(理由を付す) 「O」ロ頭による開示、使用、展示等に言及する文献「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献		「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と 矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のため に引用するもの 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規 性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文 献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性 がないと考えられるもの 「&」同一パテントファミリー文献	
国際調査を完	了した日 <b>27.04.95</b>	国際調査報告の発送日 23.05.	95
	先 ド国 特許 庁 (ISA/JP) 郵便番号100 (都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官(権限のある職員) 中村朝幸 の 電話番号 03-3581-1101 内線	4 K 7 3 5 6 3 4 3 5

**株式PCT/ISA/210 (第2ページ) (1992年7月)** 

国際調査報告

国際出騒者号 PCT/JP

95/00234

用文献の  テゴリー*	関連すると認められる文献 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
P	JP,A,6-235026(新日本製鐵株式会社), 23.8月,1994(23,08,94), 第3頁左欄第30行~右欄第34行	1 - 6
		e.

様式PCT/ISA/210 (第2ページの続き) (1992年7月)

(USPTO) NHALB BLANK (USPTO)